

АНАЛИЗ ПРЕВРАЩЕНИЙ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКАХ В СПЛАВАХ СИСТЕМЫ Ti - Nb - Zr МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Куренева Д.В., Нарыгина И.В.

Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б.Н. Ельцина, г.Екатеринбург, Россия

kureneva.98@mail.ru, i.v.narygina@urfu.ru

Аннотация. В работе методами оптической металлографии, растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного фазового анализа и дюрометрии изучено влияние режимов термической и деформационной обработок на структурные и фазовые превращения в сплавах Ti-40Nb с различным содержанием циркония (от 5 до 9 масс. %). Определены температурные интервалы распада метастабильного β -твердого раствора, сопровождающегося выделением вторых фаз (\square и α).

Ключевые слова: Титановые сплавы, Ti-40Nb-5Zr, Ti-40Nb-7Zr, Ti-40Nb-9Zr, закалка, старение, деформация, морфология вторых фаз, метастабильный твердый раствор.

ANALYSIS OF TRANSFORMATIONS THERMAL AND THERMOMECHANICAL TREATMENTS IN ALLOYS MEDICAL PURPOSE Ti - Nb - Zr SYSTEMS

Kureneva D., Narygina I.

Ural Federal University named after the first President of Russia

B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russia

Abstract. The influence of thermal and deformation treatment modes on structural and phase transformations in Ti-40Nb alloys with different zirconium contents (from 5 to 9 wt. %) has been studied by optical metallography, scanning electron microscopy, X-ray phase analysis and durometry. The temperature intervals of metastable-solid solution decomposition accompanied by the evolution of second phases (\square and α) have been determined.

Keywords: Titanium alloys, Ti-40Nb-5Zr, Ti-40Nb-7Zr, Ti-40Nb-9Zr, hardening, aging, deformation, second phase morphology, metastable solid solution.

На сегодняшний день титан и титановые сплавы пользуются большой популярностью не только в ракетостроении и авиации, но и в медицине, это связано с сочетанием малой плотности с высокой удельной прочностью, а также

коррозионной стойкостью к вредным воздействиям соляной кислоты, органических кислот и даже морской воды [1]. В медицине из них изготавливают импланты для замены поврежденных костных тканей. По созданию биоматериалов на основе титана, удовлетворяющих таким требованиям, научно обосновано, что наиболее перспективными в этой области являются сплавы системы Ti-Nb-Zr [2].

В данной работе производится подбор оптимального химического состава сплава системы Ti-Nb-Zr с целью получения модуля упругости близкому к значению такового у человеческой кости. Для этого в образцах требуется создание фаз, которые обладают низким модулем упругости вследствие чего необходимо получение β -фазы с минимальным количеством α - и \square -фаз.

Объектами исследования являются горячекатаные прутки диаметром 18 мм из сплавов на основе Ti с 40 масс. % Nb и различным содержанием Zr от 5 до 9 масс. %.

Прутки были подвержены термической (нагрев до 850°C, выдержка 1 час, закалка в воду и старение при 400°C и 500°C с выдержками в 16, 32, 64, 100 часах) и термомеханической (нагрев до 850°C, выдержка 1 час, закалка в воду, горячая деформация, старение при 400°C и 500°C с выдержками в 16, 32, 64, 100 часах) обработкам. Горячая деформация (в случае термомеханической обработки) была использована с целью изучения влияния деформации на процессы распада метастабильных фаз при старении.

Основными методами исследования служили оптическая микроскопия, растровая электронная микроскопия, рентгеноструктурный фазовый анализ, дюротметрия.

Нагрев сплава выше температуры полиморфного превращения с выдержкой в β -области в течение 1 часа с последующей закалкой в воду способствует формированию однофазной структуры с полиэдрическими β -зернами среднего размера около 35 мкм (рис. 1).

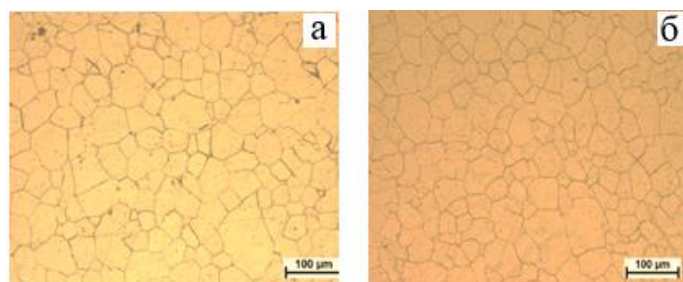


Рисунок 1 – Микроструктура закаленных сплавов Ti-40Nb-5Zr (а), Ti-40Nb-9Zr (б)

Согласно данным рентгеноструктурного фазового анализа характерной особенностью дифрактограмм для исследуемых сплавов является сдвиг максимума дифракционных пиков для β -фазы в сторону меньших углов Вульфа-Брэгга при увеличении содержания Zr (рис. 2), что свидетельствует об увеличении периода кристаллической решетки β -фазы при большем содержании Zr в сплаве. Это вполне объяснимо, так как Zr в твердом растворе β -фазы является элементом замещения и, имея большой атомный радиус (0,160 нм) по сравнению с атомным радиусом Ti (0,147 нм), должен увеличивать период кристаллической решетки β -фазы при большем его содержании в твердом растворе.

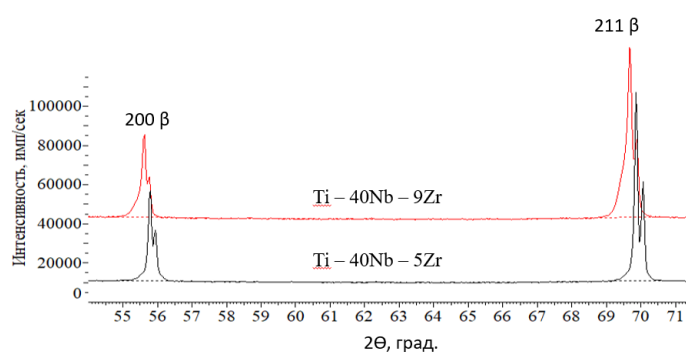


Рисунок 2 – Участки дифрактограмм закаленных сплавов

При исследовании изменений закаленной структуры сплавов при старении при 400 °С, методом оптической металлографии, значительных изменений вплоть до 100 часов выдержки не обнаружено. Однако, если обратиться к данным РСФА (рис. 3) кроме дифракционных пиков, характерных для β -фазы, на дифрактограммах присутствуют пики от α -фазы. Для сплава с 5 масс. % содержанием Zr α -фаза появляются при времени выдержки свыше 32 часов. При этом повышение времени выдержки до 64 часов, способствует увеличению объемной доли α -фазы, о чем свидетельствует повышение интегральных интенсивностей α -дифракционных пиков.

В связи с выделением более твердой α -фазы при выдержке, наблюдается повышение значений твердости, от 54 HRC после закалки, до 60 HRC при 60 часах выдержки. При большем содержании Zr выделение α -фазы происходит при больших временах выдержки и с меньшей объемной долей, что приводит и к меньшему приросту твердости. После 60-часовой выдержки значения твердости равняются 56 HRC. Повышая температуру старения до 500 °С выделение ω -фазы вообще не наблюдается, а при выдержке от 32 часов

постепенно выделяется α -фаза (рис. 3), площадь под дифракционными пиками, сплава Ti-40Nb-9Zr, увеличилась при старении от 32 до 100 часов, наблюдается увеличении объемной доли.

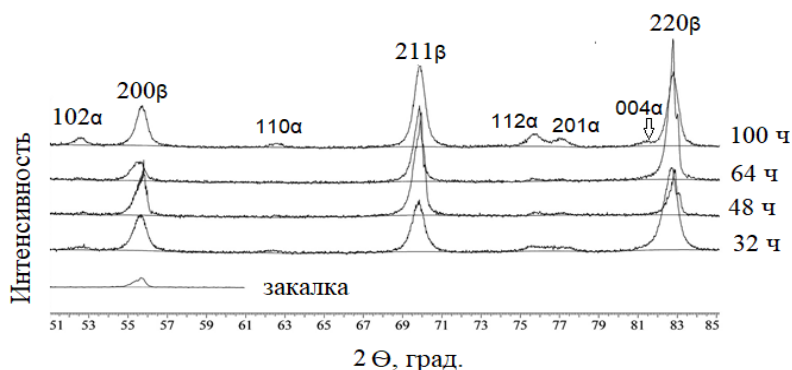


Рисунок 3 – Участки дифрактограмм сплава Ti-40Nb-5Zr, состаренного при 400 °C

При последующей выдержке до 100 часов, когда границы зерен полностью заселены их рост наблюдается в теле зерна (рис. 4, а, б).

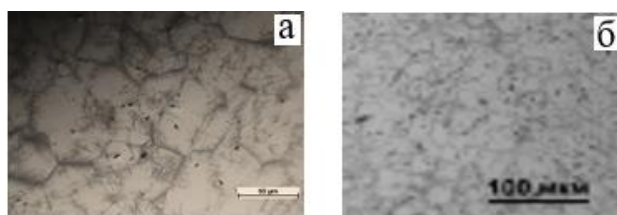


Рисунок 4 – Структуры сплавов после старения при 500 °C, а – Ti-40Nb-5Zr, б – Ti-40Nb-7Zr

Выделение α -фазы в небольшом количестве не приводит к значительному повышению твердости, как ω -фаза. В сплаве Ti-40Nb-5Zr при выдержках от 0 до 100 часов значения твердости меняются от 54 HRC до 57 HRC. В сплаве Ti-40Nb-9Zr при выдержках в промежутке от 0 до 100 часов твердость возрастает от 55 HRC до 56 HRC.

Введение дополнительно перед старением деформации значительно ускоряет процесс распада метастабильного β -твердого раствора. Так как прирост объемной доли ω - и α -фазы наблюдается уже при 16 часах у Ti-40Nb-5Zr (рис. 5, а, б). Увеличение содержания Zr приводит к уменьшению объемной доли ω - и α -фазы.

Свыше 48 часов наблюдается полное растворение ω -фазы, вместе с этим идет процесс выделения α -фазы с повышением объемной доли до 100 часов старения. Такая деформация с большим содержанием Zr приводит также к раннему выделению α -фазы. (рис. 5, а, б). На дифрактограмме линии уширяются, это говорит нам о том, что присутствуют микроискожения.

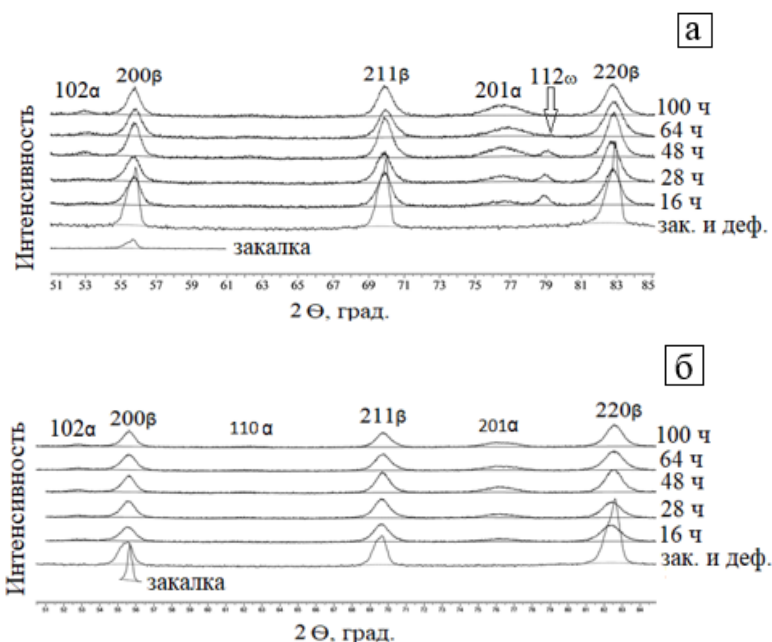


Рисунок 5 – Участки дифрактограмм деформированных сплавов, с последующим старением при 400 °С,
а – Ti-40Nb-5Zr, б – Ti-40Nb-7Zr

Деформация способствует ускорению фазовых превращений при старении. Это связано с измельчением β -зерна и сохранением повышенной плотности дислокаций, а значит и повышенному количеству мест для зарождения новой фазы. В сплаве деформированном сплаве Ti-40Nb-5Zr при выдержках от 0 до 40 часов значения твердости меняются от 54 HRC до 57 HRC после чего твердость падает вплоть до 55 HRC при 100 часах выдержки. В деформированном сплаве Ti-40Nb-9Zr при выдержках в промежутке от 0 до 100 часов твердость возрастает от 55 HRC до 56 HRC.

1. Установлено, что закалка сплавов Ti-40Nb-(5...9) Zr с температуры β -области приводит к фиксации метастабильного β_m -твердого раствора, вторых фаз не обнаружено.

2. Определено, что старение при 400 °С реализуется с протеканием $\beta_m \rightarrow \omega$ -превращения, при этом начало выделения ω -фазы сдвигается в сторону

большого времени выдержки: от 32 до 100 часов при увеличении содержания Zr в сплаве от 5 до 9 масс. %.

3. Показано, что распад β_m -твердого раствора при старении 500 °C идет с выделением α -фазы пластинчатой морфологии, при этом начало выделения α -фазы сдвигается в сторону большего времени: от 32 до 100 часов при увеличении содержания Zr в сплаве от 5 до 9 масс. %.

4. Применение пластической деформации перед старением при 400 °C активизирует распад метастабильного β_m -твердого раствора: при содержании в сплаве 5 масс. % Zr распад реализуется сначала за счет $\beta_m \rightarrow \omega$ -превращения, а затем $\beta_m \rightarrow \alpha$ -превращения при одновременном растворении ω -фазы. Время начало выделения ω -фазы и время ее растворения составляет 16 и 64 часов выдержки, начало выделения α -фазы 16 часов выдержки; при содержании 9 масс. % Zr выделение ω -фазы не обнаружено, а $\beta_m \rightarrow \alpha$ -превращения протекает от 16 часов выдержки.

5. Применение пластической деформации перед старением при 500 °C сокращает время выделения α -фазы.

Библиографический список

1. Peters M. Titanium Alloys for Aerospace Applications / M. Peters, M. Kumpfert, C. H. Ward // C. Adv. Eng. Mater. A. 2003. V. 5. P. 419–427.
2. Формирование структуры и свойств в опытных сплавах системы Ti-Nb-Zr для медицины / С. В. Гриб, И. В. Нарыгина, М. А. Попова [и др.] // XII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов — молодых ученых. — Екатеринбург: УрФУ, 2011. — С. 281-284.